SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-2119-1991

Elektrolitik mangan dioksida (EMD)

ICS 71.060.20

Badan Standardisasi Nasional

ELEKTROLITIK MANGAN DIOKSIDA (EMD)

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan elektrolitik mangan dioksida.

2. DEFINISI

Elektrolitik mangan dioksida adalah MnO_2, hasil proses elektrolisa, berupa bubuk hitam dan digunakan sebagai bahan depolarisator untuk baterai kering.

3. SYARAT MUTU

Syarat mutu elektrolitik mangan dioksida adalah seperti pada tabel di bawah ini.

Tabel
Syarat Mutu Elektrolitik Mangan Dioksida

No.	U r a i a n	Persyaratan
1.	Kadar mangan dioksida	min. 9,0 %
2.	Kadar air	maks. 3,0 %
3.	Zat yang tak larut dalam HCl	maks. 1,0 %
4.	B e s i (Fe)	maks. 0,05 %
5.	Timbal (Pb)	maks. 0,1 %
6.	Tembaga (Cu)	maks. 0,002 %
7.	Sulfat (SO_4)	maks. 1,5 %
8.	pH	4,0 — 6,5
9.	Ukuran partikel yang lolos mesh 200 (0,071 mm)	92 — 95 %

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SII. 0426 — 81, *Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan.* Contoh yang mewakili minimal sebanyak 500 g. Contoh ditempatkan pada tempat yang bersih, kering, tertutup rapat dan disegel untuk keperluan analisa.

5. CARA UJI

5.1. Kadar Mangan Dioksida

5.1.1. Pereaksi

— 0,1 N $KMnO_4$

— Larutan ferro amonium sulfat

Timbang ± 100,0 g ferro amonium sulfat $Fe SO_4 (NH_4)_2 . 6 H_2O$ dan tambah 200 ml H_2SO_4 pekat. Encerkan dengan air hingga 1.000 ml.

— Pembakuan

Pipet 50 ml larutan ferro amonium sulfat, encerkan dengan air hingga 400 ml dan tambah 5 ml H_3PO_4 85 %. Titar dengan 0,1 N $KMnO_4$ (V_1).

5.1.2. Prosedur

Timbang ± 0,5 g contoh dalam Erlenmeyer 500 ml, tambah 50 ml larutan ferro amonium sulfat. Aduk hingga larut dan panaskan dalam penangas air pada 55 — 65° C selama 15 menit. Dinginkan di bawah air kran dan encerkan dengan air hingga 250 ml. Tambahkan 5 ml H_3PO_4 85 % dan titar dengan 0,1 N $KMnO_4$ sampai warna merah jambu (V_2 ml).

5.1.3. Perhitungan

$$\text{Kadar } MnO_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0{,}004347}{\text{berat contoh (g)}} \times 100\%$$

5.2. Kadar Air

5.2.1. Cara kerja

Timbang ± 5,0 g contoh ke dalam botol timbang yang sudah diketahui beratnya. Keringkan dalam lemari pengering pada 107 ± 2°C selama 2 jam, selanjutnya dinginkan dalam desikator dan timbang beratnya sampai bobot tetap.

5.2.2. Perhitungan

$$\text{Kadar } H_2O = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\%$$

dimana :

W_2 = berat contoh setelah dikeringkan, gram
W_1 = berat contoh mula-mula, gram

5.3. Zat yang tak larut dalam HCl

5.3.1. Prosedur

5.3.1.1. Timbang ± 10,0 g contoh ke dalam gelas piala 200 ml, tambah 50 ml HCl pekat dan panaskan sampai contoh larut serta uapkan hingga contoh kering. Larutkan endapan dengan 10 ml HCl (1 : 1) tambahkan 30 ml air panas sampai bahan larut.
Saring ke dalam labu takar 50 ml dan cuci dengan air panas sampai tanda batas. Letakkan endapan dan kertas saring dalam cawan porselin. Keringkan dalam lemari pengering pada 107 ± 2° C selama 2 jam.
Dinginkan dalam desikator dan timbang beratnya sampai bobot tetap.

5.3.1.2. Filtrat didinginkan pada suhu kamar, encerkan dengan air dalam labu ukur hingga 100 ml, dan kocok baik-baik, larutan tersebut dinamakan larutan "A" Larutan ini untuk persediaan dalam pemeriksaan besi, timbal, tembaga dan sulfat.

Ukur penyerapan dari larutan pada panjang gelombang 510 nm dengan menggunakan larutan blangko sebagai standar acuan. Kemudian plotkan pada grafik kalibrasi yang telah disiapkan dan baca jumlah besi yang ada. Dapat juga dengan membandingkan warna larutan dengan sederetan standar warna yang disiapkan dan mencatat kadar besi dari standar yang paling mendekati warna larutan uji.

5.4.4. Perhitungan

$$\text{Kadar besi (Fe)} = \frac{W_1}{W_0} \times 100\ \%$$

dimana :

W_1 = adalah berat besi yang didapat dari grafik kalibrasi (mg)

W_0 = adalah berat contoh (mg).

5.5. Timbal (Pb)

5.5.1. A l a t

— Palarografi

— Labu ukur 50 ml sebanyak 7 buah.

5.5.2. Pereaksi

— Larutan hidroksilamin hidroklorida 10%

— Larutan gelatin 0,1 %

— Larutan baku Pb
Larutkan 1,60 g $Pb(NO_3)_2$ dalam air dan encerkan hingga 1.000 ml.
1 ml larutan mengandung 1 mg Pb.

5.5.3. Prosedur

5.5.3.1. Penyiapan standar warna

Ke dalam 7 labu ukur 50 ml yang masing-masing berisi larutan baku Pb dengan urutan 0 (blangko); 0,5 mg; 1,0 mg; 1,5 mg; 2,0 mg; 3,0 mg; selanjutnya setiap larutan diperlukan sebagai berikut; Tambahkan 1 ml larutan hidroksilamin hidroklorida 10 % dan panaskan untuk mengurangi besi. Dinginkan, tambah.
5 ml larutan gelatin 0,1 %. Encerkan dengan air hingga 50 ml dan kocok kuat-kuat. Alirkan gas N_2 atau H_2 ke dalam larutan kira-kira 10 menit. Standar ini dipergunakan langsung untuk pembanding secara visuil. Jika dipergunakan peralatan, ukurlah panjang gelombang pada potensial 0,4 V. Selanjutnya siapkan suatu grafik kalibrasi hubungan antara kandungan Pb dan panjang gelombang.

5.5.3.2. Penetapan

Pipet 20 ml larutan "A" (lihat 5.3.1.2) yang mengandung 2,0 g contoh, tambah 1 ml larutan hidroksilamin hidroklorida 10 % dan panaskan. Selanjutnya dinginkan, tambah 5 ml larutan gelatin 0,1 %, encerkan dengan air hingga 50 ml dan kocok kuat-kuat. Alirkan gas N_2 atau H_2 ke dalam larutan kira-kira 10 menit. Ukur panjang gelombang dari larutan pada potensial 0,4 Volt. Kemudian plotkan pada grafik kalibrasi yang telah disiapkan dan baca jumlah Pb yang ada. Dapat juga dengan membandingkan warna

larutan dengan sederetan standar warna yang disiapkan dan mencatat kadar Pb dari standar yang paling mendekati warna larutan uji.

5.5.4. Perhitungan

Kadar timbal (Pb) $= \frac{W_1}{W_o} \times 100\ \%$

dimana :

W_1 = berat timbal yang didapat dari grafik kalibrasi (mg)

W_o = berat contoh (mg).

5.6. Tembaga (Cu)

5.6.1. A l a t

— Spektrofotometer

— Labu ukur 50 ml sebanyak 7 buah

— Gelas piala 100 ml sebanyak 7 buah.

5.6.2. Pereaksi

— Larutkan hidroksilamin hidroklorida 10 %

— Larutan asam sitrat 10 %

— Kloroform

— Larutan neokuproin 0,1 %
Larutkan 0,1 g neokuproin dalam 100 ml etil alkohol 95 %

— Larutan baku Cu
Larutkan 3,93 g tembaga sulfat ($Cu\ SO_4 . 5H_2O$) dalam air dan encerkan hingga 1.000 ml. Pipet 10 ml larutan ke dalam labu ukur 1.000 ml dan encerkan dengan air sampai tanda 1 ml larutan mengandung 0,01 mg Cu.

5.6.3. Prosedur

5.6.3.1. Penyiapan standar warna

Ke dalam 7 labu ukur 50 ml yang masing-masing berisi larutan baku Cu dengan urutan : 0 (blangko); 0,01 mg; 0,02 mg; 0,03 mg; 0,04 mg; 0,05 mg; 0,06 mg. Setiap larutan masing-masing diperlakukan sebagai berikut : Encerkan dengan air hingga 50 ml, pindahkan ke gelas piala 100 ml. Tambahkan 5 ml larutan hidroksilamin hidroklorida 10 %, 5 ml larutan asam sitrat 10 % dan 10 — 12 ml campuran amonia, air (1 + 3), pipet 10 ml larutan ke dalam corong pemisah 100 ml, tambahkan 2 ml larutan neokuprain 0,1 % dan kocok kuat-kuat. Selanjutnya tambah 10 ml kloroform, kocok kuat-kuat selama 2 menit dan diamkan sampai larutan(*) terpisah menjadi 2 lapisan air dan lapisan kloroform, pisahkan lapisan kloroform.

Standar ini dipergunakan langsung untuk pembanding secara visuil. Jika dipergunakan peralatan, ukurlah penyerapan larutan pada panjang gelombang 454 nm dengan menggunakan larutan blangko sebagai standar acuan. Selanjutnya siapkan suatu grafik kalibrasi hubungan antara kandungan tembaga dan penyerapan larutan.

5.6.3.2. Penetapan

Pipet 20 ml larutan "A" (lihat 5.3.1.2) yang mengandung 2,0 g contoh ke

dalam labu ukur 50 ml dan encerkan dengan air sampai tanda. Pindahkan larutan ke dalam gelas piala 100 ml, tambah 5 ml larutan hidroksilamin hidroklorida 10 %, 5 ml larutan asam sitrat 10 % dan 10 — 12 ml campuran amonia air (1 + 3).
Pipet 10 ml larutan ke dalam corong pemisah 100 ml, tambah 2 ml larutan neokuproin 0,1 % dan kocok baik-baik selanjutnya tambah 10 ml kloroform, kocok kuat-kuat selama 2 menit dan diamkan sampai larutan (*) terpisah menjadi 2 lapisan yaitu lapisan air dan lapisan kloroform, pisahkan lapisan kloroform. Pada saat yang bersamaan kerjakan uji blangko terhadap pereaksi yang dipakai. Ukur penyerapan dari larutan pada panjang gelombang 454 nm dengan menggunakan larutan blangko sebagai standar acuan. Kemudian plotkan pada grafik kalibrasi yang telah disiapkan dan baca jumlah tembaga yang ada. Dapat juga dengan membandingkan warna larutan dengan sederetan warna yang disiapkan dan mencatat kadar Cu dari standar yang paling mendekati warna larutan uji.

Catatan :

Jika larutan (*) dalam 6.5.3.1 dan 5.6.3.2 pemisahannya tidak sempurna, pindahkan lapisan kloroform ke dalam gelas piala 50 ml dan tambah ± 1,0 g natrium sulfat anhidrida serta aduk dengan batang gelas.

5.6.4. Perhitungan

$$\text{Kadar tembaga (Cu)} = \frac{W_1}{W_o} \times 100\ \%$$

dimana :

W_1 = berat tembaga yang didapat dari grafik kalibrasi (mg)

W_o = berat contoh (mg).

5.7. Sulfat

5.7.1. Prosedur

Pipet 20 ml larutan "A" (lihat 5.3.1.2) yang mengandung 2,0 g contoh ke dalam gelas piala 300 ml dan encerkan dengan air hingga 200 ml. Tambahkan 10 ml Ba Cl_2 10 % sedikit demi sedikit sambil dipanaskan dalam pemanas air. Lanjutkan pemanasan sampai larutan mendidih selama 30 menit (saat mulai mendidih) dan diamkan selama 4 jam pada suhu kamar. Saring larutan dengan kertas saring Whatman nomor 42, dan cuci endapan dengan air hingga bebas dari klorida. Pindahkan endapan dan kertas saring kecawan porselin dan panaskan dalam tanur listrik pada 700 °C. Dinginkan, cuci endapan dengan 1 tetes H_2SO_4 (s.g = 1,84) dan ulang pemanasan dengan pelan-pelan selama 30 menit. Kemudian dinginkan dalam desikator dan timbang beratnya sampai bobot tetap.

5.7.2. Perhitungan

$$\text{Kandung sulfat} = \frac{W_2 - W_1}{W} \times 100\ \%$$

dimana :

W_1 = berat cawan porselin, gram

W_2 = berat cawan porselin + endapan, gram

W = berat contoh, gram.

5.8. pH

5.8.1. Prosedur
Timbang ± 10,0 g contoh ke dalam gelas piala dan tambah 200 ml air yang telah dididihkan. Aduk larutan selama 30 menit. Saring larutan dan ukur pH filtratnya dengan pH meter.

5.9. Ukuran partikel yang lolos dari saringan.

5.9.1. Prosedur
Timbang ± 50,0 g contoh ke dalam saringan. Atur kran air hingga air yang memancar tekanannya 10 psi.
Letakkan saringan dan contoh kurang lebih 1,25 m dibawah lubang pengeluaran air dan putar goyang-goyang sehingga air yang melalui saringan jadi jernih. Angkat saringan, biarkan kelebihan air yang turun, selanjutnya keringkan dalam oven 107 ± 2 °C selama 2 jam. Dinginkan pada suhu kamar dan timbang beratnya.

5.9.2. Perhitungan
Yang lolos dari saringan mesh 200 (0,071 mm) =

$$\text{Ukuran partikel} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\,\%$$

dimana :

W_1 = berat saringan + contoh, gram

W_2 = berat saringan + sisa ayakan, gram.

6. CARA PENGEMASAN

Elektrolitik mangan dioksida dikemas dalam wadah yang tidak menimbulkan reaksi dengan isi, kedap udara dan tertutup rapat.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada setiap kemasan harus dicantumkan nama barang/nama dagang; kadar MnO_2 ; berat bersih; nama dan alamat produsen dan tanda bahaya.